

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11206782 A**

(43) Date of publication of application: **03 . 08 . 99**

(51) Int. Cl

**A61C 5/10
A61C 13/20**

(21) Application number: **10011703**

(71) Applicant: **TOKUYAMA CORP**

(22) Date of filing: **23 . 01 . 98**

(72) Inventor: **SEKINO MASAHIKO**

(54) PRODUCTION OF GLASS CERAMIC DENTAL CROWN

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a glass ceramic dental crown without the occurrence of a failure of a casting mold having a sprue part and intrusion of air bubbles and without the generation of a striped structure by heating and pressurizing a glass body to be crystallized by heating and injecting the glass body into the casting mold, thereby molding the dental crown.

SOLUTION: This process consists in producing the glass ceramic dental crown by pressurizing the glass body which is a glass body having a flow property in a heated

and pressurized state and may be crystallized by heating after softening the glass body by heating and injecting the glass body into the casting mold consisting of the sprue part and a tooth profile part, thereby molding the glass body. In such a case, the softened glass body is injected into the casting mold by stepwise increasing the injection pressure in such a manner that the glass body is first pressurized and injected by such an injection pressure that the glass body is injected only into the sprue part and, thereafter, the glass body is injected into the tooth profile part by the injection pressure of about 10 times the injection pressure.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-206782

(43)公開日 平成11年(1999)8月3日

(51)Int.Cl.⁶

A 61 C 5/10
13/20

識別記号

F I

A 61 C 5/10
13/20

A
D

審査請求 未請求 請求項の数2 O.L (全 6 頁)

(21)出願番号

特願平10-11703

(22)出願日

平成10年(1998)1月23日

(71)出願人 000003182

株式会社トクヤマ

山口県徳山市御影町1番1号

(72)発明者 関野 雅人

山口県徳山市御影町1番1号 株式会社ト
クヤマ内

(54)【発明の名称】 ガラスセラミックス歯冠の製造方法

(57)【要約】

【課題】 加熱することにより結晶化するガラス体を加熱、加圧してスプル一部を有する鋳型に注入して成形することにより成形してガラスセラミックス歯冠を製造する方法において、鋳型の破損や気泡の巻き込みを起こすことなく、しかも縞状構造を発生せずにガラスセラミックス歯冠を製造すること。

【解決手段】 加熱および加圧した状態で流動性を有するガラス体であって加熱によって結晶化可能なガラス体を、加熱して軟化させた後に加圧し、スプル一部と歯形部とからなる鋳型内に注入することにより成形してガラスセラミックス歯冠を製造する方法において、例えば、最初にガラス体がスプル一部にのみ注入されるような注入圧で加圧注入した後、次いで該注入圧の10倍程度の注入圧によりガラス体を歯形部に注入するといったように、注入圧を段階的に上げて軟化したガラス体を鋳型に注入する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 加熱および加圧した状態で流動性を有するガラス体であって加熱によって結晶化可能なガラス体を、加熱して軟化させた後に加圧し、スプルーレと歯形部とからなる鋳型内に注入することにより成形してガラスセラミックス歯冠を製造する方法において、注入圧を段階的に上げることを特徴とするガラスセラミックス歯冠の製造方法。

【請求項2】 軟化したガラス体を鋳型内に加圧注入する工程が、該ガラス体をスプルーレと加圧注入する第一加圧注入工程と、次いで第一加圧注入工程の注入圧の10倍以上の注入圧で該ガラス体を歯形部に注入する第二加圧注入工程とからなることを特徴とする請求項1記載のガラスセラミックス歯冠の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、ガラスセラミックス歯冠の新規な製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 ガラスセラミックスは耐摩耗性と審美性に優れるため歯科用の修復、補綴材料としての評価が非常に高く、特にガラスセラミックス歯冠に対する需要は近年増大している。

【0003】 該ガラスセラミックス歯冠の製造方法としては、鋳造方法と加熱加圧成形法が知られている。鋳造方法とは、ガラス体を鋳造して歯冠形態を作製した後に加熱処理することによってガラス体を結晶化させる方法であり、加熱加圧成形法とは、例えば加熱することによって結晶化するガラス体であって加熱・加圧下で流動性を示すガラス体を、加熱して軟化させた後に加圧し、スプルーレと呼ばれる湯道を有する歯形の鋳型に注入することにより成形する方法である。

【0004】 上記加熱加圧成形法は、成形時にガラス体の結晶化が起こるため、鋳造法に比べて短時間で成形が可能であるという利点を有している。また、ガラス体を融点付近まで加熱することなく約10⁶ポイズ程度の高粘性状態でゆっくりと鋳型内に注することができるため、注入時に気泡を巻き込むことなく又鋳型を形成する埋没材との反応も避けることができ、安定した物性を有するガラスセラミックス歯冠を得ることができる。

【0005】 このように、加熱加圧成形法は優れた特長を有するが、使用するガラス体の種類によっては、得られたガラスセラミックス歯冠の内部に脈理に似た縞状構造が見られるといった問題点があった。この脈理に似た縞状構造は、ガラスセラミックス歯冠を使用したときの審美性を損なうとともに歯冠の強度が該縞状構造部分で弱くなり、該縞状構造の発生を防止する必要がある。

【0006】 本発明者等が上記縞状構造が発生する原因について検討を行った結果、鋳型へガラス体を注入する際にスプルーレと歯形部とで注入されるガラス体の流速

が異なるために結晶化速度に差が生じることが原因であることが判明した。均一に結晶化を行うためには、ガラス体の注入圧を高くして流速を上げればよいと考えられるが、注入圧を高くした場合には鋳型の歯形部が破損して所期の形状の歯冠が得られなかったり、破損した破片や気泡がセラミックガラス中に巻き込まれたりするという新たな問題が発生してしまう。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、加熱加圧成形法において、鋳型の破損や気泡の巻き込みを起こすことなく、しかも前記縞状構造を発生させずにガラスセラミックス歯冠を製造する方法を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記技術課題を克服すべく鋭意研究を重ねた。その結果、加熱加圧成形法において、ガラス体を鋳型に注入するときの注入圧を段階的に上げた場合には、鋳型の破損や気泡の巻き込みを起こすことなく前記縞状構造の発生を防止できることを見だし本発明を完成するに至った。

【0009】 即ち、本発明は、加熱および加圧した状態で流動性を有するガラス体であって加熱によって結晶化可能なガラス体を、加熱して軟化させた後に加圧し、スプルーレと歯形部とからなる鋳型内に注入することにより成形してガラスセラミックス歯冠を製造する方法において、注入圧を段階的に上げることを特徴とするガラスセラミックス歯冠の製造方法である。

【0010】 また、他の本発明は、軟化したガラス体を鋳型内に加圧注入する工程が、該ガラス体をスプルーレと加圧注入する第一加圧注入工程と、次いで第一加圧注入工程の注入圧の10倍以上の注入圧で該ガラス体を歯形部に注入する第二加圧注入工程とからなることを特徴とする上記のガラスセラミックス歯冠の製造方法である。

【0011】

【発明の実施の形態】 本発明で原料として使用するガラス体は、加熱および加圧した状態で流動性を有するガラス体であって加熱によって結晶化可能なガラス体である。このようなガラス体は、加熱加圧成形法で一般に使用されており、例えばこの様なガラス体としては、加熱によってガラス体内部に微細な分相が起こり体積結晶化が進行しガラスセラミックスとなるガラス体、及び内部に結晶核と呼ばれる粒径が8~30nm程度の微結晶を含み、その後の加熱処理により該結晶核が成長しガラスセラミックスとなるガラス体等がある。これらのガラス体は、一般に、ディオプサイド結晶が折出するMgO-CaO-SiO₂系のガラス、CaO-SiO₂系のガラス等を、ガラス転移温度付近または転移温度から100°C程度高い温度範囲で一定時間処理（核形成処理と呼ばれる）することによって得られる。このようにして得ら

れたガラス体は加熱することにより軟化し、加熱温度が800℃～1200℃に達するとその粘度が約10⁶～10⁹ポイズ程度になる。また、これらガラス体は、この様な粘度に保たれると体積結晶化が適度に進行し歯冠用に好適なガラスセラミックとなる。加熱することによりこのような粘度領域に保たれたガラス体は加圧することにより流動化して鋳型に注入することができる。

【0012】本発明で使用するガラス体としては、従来の加熱加圧成形法で使用されている上記のような公知のガラス体が制限無く使用できるが、重量%でMgOを12～26%、CaOを7～16%、Al₂O₃を6～19%、SiO₂を40～50%、TiO₂を10～14%含む組成のMgO-CaO-SiO₂系の溶融して得たガラス体に核形成処理を施したもののが好適に使用できる。この様なガラス体を使用した場合には、成形特性が特に良好となる。

【0013】本発明で使用する鋳型は、スプルーパーと歯形部とからなる。該鋳型としては、従来の加熱加圧成形法で一般に使用されている鋳型がなんら制限無く使用することができる。本発明で使用される代表的な鋳型の断面図を図1に示す。図1に示されるように、該鋳型1はスプルーパー2と歯形部3とからなる。ここで、スプルーパー2は、軟化したガラス体が歯形部3に注入される際の湯道となる部分であり、また、歯形部3とは該部にガラス体が注入され成形されることによって最終的な歯冠の形態を与える部分である。なお、該鋳型は、ガラス体を保持する為の保持容器部4を有しているのが好適である。

【0014】この様な鋳型は、一般に次のようにして製造することができる。即ち、ガラスセラミックス歯冠がかぶせられる歯の石膏模型上にワックスを用いて歯冠形態を有するワックスパターンを作製した後、ワックスパターンにスプルーラインを植立しクルーシブルフォーマーに設置する。この工程でエアーベントと呼ばれる空気抜き孔をワックスパターンに設置しても構わない。なお、スプルーラインの材質は特に限定されないが、一般にはワックス、レジン、合金線が用いられる。特に歯形となるワックスパターンが複雑で大型の場合にはラインワックス、レジン線が使用される。スプルーラインに用いられるワックスは一般にはラインワックスが用いられる。ラインワックスにはその断面が丸状、半丸状、リンガルバー状、バラタルバー状、四角状、三角状等があるがその形状は問わない。またスプルーラインに湯だまりと呼ばれる球状のワックスを付着させててもかまわない。次いで、上記クルーシブルフォーマーにリングおよびアスペストリボンを設置し、埋没材泥（鋳型材）を用いて埋没する。埋没材が硬化した後、クルーシブルフォーマーを撤去し、該埋没材を加熱し、ワックスパターンを焼却することによって鋳型は得られる。ここで用いられる埋没材としては磷酸塩系、クリストバライト系、石膏系等があるがいずれを

用いても構わない。特に鋳型強度の低い石膏系埋没材を使用する場合には石膏の巻き込みを防ぐ効果がある。

【0015】上記の製法に於いて、スプルーラインがワックス焼却後に消失した部分がスプルーパーとなる。スプルーパーは太くて短ければガラスセラミックスが鋳型を満たす時間が短くなり好ましいがスプルーラインを太くしてスプルーパーを広げようすると、スプルーラインをワックスパターンに植立する際にパターンを崩したり、変形を与える可能性が高くなる。また成形体の仕上げ研磨も繁雑になり、原料ガラス体の損失も大きくなる。スプルーパーの太さおよび長さは加熱加圧成形が可能な範囲で細く短いほどよい。通常好適とされるスプルーパーの太さ及び長さはそれぞれ3.0mm程度及び5～7mm程度である。

【0016】一般的な加熱加圧成形方法では、前記ガラス体を加熱して軟化させた後に加圧して前記鋳型のスプルーパーを経由させて歯形部に注入し成形を行うが、本発明では上記の注入に際して注入圧を段階的に上げる必要がある。注入圧を段階的に上げることにより鋳型の破損や気泡の巻き込みを起こすことなく、前記の縞状構造の発生を防止することが可能となる。

【0017】加熱により軟化したガラス体を鋳型に注入する加熱注入工程において、ガラス体を軟化させる条件は、従来の加熱加圧法と変わらぬ点は特になく、使用するガラス体の種類に応じて、加圧により流動化可能で適度な結晶化を実現する粘度（通常約10⁶～10⁹ポイズ）を与える加熱条件を適宜設定すればよい。一般的にこの様な粘度はガラス体を800～1200℃に加熱することにより得られる。また、注入のための加圧は、ガラス体が上記のような粘度を保持しているときに行われるのが一般的であり、本発明に於いてもこの点は同様である。

【0018】また、軟化したガラス体を鋳型へ注入するための方法も従来の加熱加圧成形法で採用されている方法が制限無く使用できる。この様な方法としては、例えば、図2に示すように、鋳型1のスプルーパー2と接続した、ガラス体を保持するための保持容器部4中にガラス体5を保持してから加熱炉にセットし、加熱を行ってガラス体を軟化させた後に保持容器部4の上方から軟化したガラス体5に圧力を加える方法がある。

【0019】本発明における上記加圧注入工程の加圧条件は注入圧を段階的に上げるような条件であれば特に限定されないが、次のような2段階の加圧注入を行うのが好適である。即ち、該加圧注入工程は、加熱により軟化したガラス体をスプルーパーに加圧注入する第一加圧注入工程と、第一加圧注入工程の注入圧の10倍以上の注入圧で該ガラス体を歯形部に注入する第二加圧注入工程とからなるのが好ましい。この様な加圧注入条件を採用したときに、本発明の効果は特に高くなる。

【0020】効果が高くなる理由は次に様な機構によるものと推定される。即ち、一般に軟化したガラス体の鋳

型への注入速度は、スプルーパーと歯形部ではその流入断面積が異なるためスプルーパーでは速く、歯形部では遅くなっている。特にスプルーパーから歯形部への移行部分では急激に流速が変化するため湯だまり状になる部分が発生し、これが原因となり結晶化速度に差が生じ前記縞状構造が発生すると考えられる。このため、先ず第一加圧注入工程として比較的低い注入圧で軟化したガラス体をスプルーパーから歯形部への移行部分まで注入し、その後の第二加圧注入工程で注入圧を高くして歯形部への注入速度をスプルーパーの注入速度と一致させることにより湯だまり状になる部分の発生を防ぎ、縞状構造の発生を回避することができるものと思われる。

【0021】第一加圧注入工程では、軟化したガラス体がちょうどスプルーパー部分全体に渡って満たされるような注入圧で注入するのが好ましい。該注入圧はスプルーパーの大きさ、ガラス組成、および加圧時間等によって異なるので、予め実験的に決定すればよい。具体的には、第二加圧注入工程を行わないで鋳型を取り出し、冷却後に軟化したガラス体がちょうどスプルーパー部分全体に渡って満たされたかどうかを調べることにより注入圧を決定することができる。例えばディオプサイド結晶が折出する $MgO-CaO-SiO_2$ 系のガラス体を用い、粘度が $10^6\sim 10^9$ ポイズとなるような温度条件下で加圧時間を10分程度としたときに上記のような注入状態を達成することができる注入圧の範囲は、 $100\sim 1500\text{ g/cm}^2$ である。

【0022】また、第二加圧注入工程の注入圧は第一加圧注入工程の注入圧の10倍以上、特に $10\sim 25$ 倍であるのが好適である。一般的な鋳型を用いた場合にはこの様な注入圧とすることにより、該第二加圧注入工程における歯形部への注入速度を第一加圧注入工程に於けるスプルーパーへの注入速度とほぼ同じにすることができる。

【0023】なお、上記各加圧注入工程に於ける加圧は、例えばEPO432802A1、特開昭61-28853号公報に開示されているような、コンプレッサー等により昇圧された空気を用いて加圧するエアーシリンジタイプの加圧装置が組み込まれた加熱加圧炉を用いて行っても良く、また、例えば炉の外部から錘りの荷重をかけて軟化したガラス体に圧力を加えることにより加圧しても良い。なお、段階的に注入圧を上げる方法も特に限定されないが、例えば空気圧によりピストン加圧を行う場合には、圧力の異なる複数の加圧ラインを用意しておき、自動操作またはマニュアル操作により加圧流路を切り換えることにより行うことができる。また、炉の外部から錘りの荷重をかけて軟化したガラス体に圧力を加える場合には、段階的に錘の荷重を増加させることにより行うことができる。

【0024】本発明に於いては、上記加圧注入工程が終

了後、ガラス体が注入された鋳型を冷却した後、鋳型を壊して内部のガラスセラミックス歯冠を取り出せばよい。

【0025】

【実施例】以下、実施例によって本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。尚、本実施例および比較例で用いた材料および評価方法は次の通りである。

【0026】(1) ガラス体

10 ガラス原料である 92.08 g の SiO_2 、 28.16 g の MgO 、 36.85 g の $CaCO_3$ 、 31.04 g の $Al(OH)_3$ 、 22.63 g の TiO_2 をポールミルを用いて粉碎、混合した。白金るつぼにこれら混合物を充填し、電気炉を用いて $1500^\circ C$ で一時間加熱溶融した。ついで溶融状態のガラスを、型枠に铸込み徐冷して試料ガラス塊を得た。得られた試料ガラス塊を、電気炉に入れ、 $700^\circ C$ で5時間加熱処理をして、ガラス中に微結晶を析出させた。この時の昇温速度は $300^\circ C/h$ で行い、次いで炉内で室温まで放冷することによりガラス体を得た。得られたガラス体の $900^\circ C$ における粘度は約 10^6 ポイズであり、この状態で20分保持した後に冷却したものについてX線回折測定を行ったところ、ディオプサイド結晶が析出していることが確認され、加熱することにより結晶化していることが確認された。

【0027】(2) 鋳型の作製

歯科用模型材を用いてワックスパターン作製し、これに3.2mmφ、7mm長のスプルーラインをラインワックス（商品名：レディーキャスティングワックス、株式会社ジーシー社製）を用いてクルーシブルフォーマーに設置した。該フォーマーに铸造用リング（商品名：JMキャスティングリング、（株）藤原歯科産業社製）、铸造用ライニング材（商品名：松風ニューキャスティングライナー、株式会社松風社製）を設置し、さらに埋没材泥（商品名：ラピスモールド、株式会社トクヤマ製）でワックスパターンを埋没し、埋没材が硬化した後、該鋳型材を加熱し、ワックスパターンを焼却し鋳型を作製した。

【0028】(3) 加熱加圧方法

40 図2に模式的に示されるように、上記鋳型の保持容器部にガラス体をセットし、これをエアーシリンジタイプ加圧装置が組み込まれた加熱加圧炉（商品名：EP-500、IVOCLER社製）に装着した。その後、所定の温度になるまで加熱した後、該所定の温度下で所定の加圧条件で加圧注入を行い歯冠を作製した。

【0029】尚、鋳型は予め別の炉で $50^\circ C/\text{分}$ の速度で昇温して $800^\circ C$ に加熱したものを使用した。また、加熱により軟化したガラス体の段階的加圧は、加圧装置の空気圧を段階的変えることにより行った。

【0030】(4) 歯冠の評価

歯冠内部の縞構造の発生に関しては作製した歯冠のスプルー近傍を破断して目視により確認した。

【0031】実施例1

加熱加圧炉に鋳型及びガラス体を図2に示すような状態で装着し、900°Cに昇温した。ガラス体の温度が900°Cになったことを確認してから500g/cm²の注入圧で10分加圧して第一加圧注入工程を行った。次いで、注入圧を7.2kg/cm²に変更し、該圧力で20分加圧して第二加圧注入工程を行い成形を行った。その後、鋳型を室温まで冷却した後、鋳型からガラスセラミックス歯冠を取り出し、これを破断して目視により観察したところ歯冠の破断面に縞構造は見られなかつ *

	加熱温度 (°C)	第一加圧注入工程 圧力(g/cm²) 時間(分)		第二加圧注入工程 圧力(g/cm²) 時間(分)		第二工程圧／ 第一工程圧比	歯冠の縞構造
実施例1	900	500	10	7200	20	14.4	無し
実施例2	880	500	15	12000	20	24	無し
実施例3	920	300	10	5000	15	16.7	無し
実施例4	900	500	15	5000	25	10	無し

【0034】比較例1

表2の比較例1の欄に示される条件で加熱加圧成形を行った他は実施例1と同様にしてガラスセラミックス歯冠を製造した。得られた各歯冠について実施例1と同様にして目視観察を行ったところ、歯冠の破断面に縞構造が顕著に観察された。なお、該比較例1は、第一加圧注※

	加熱温度 (°C)	第一加圧工程 圧力(g/cm²) 時間(分)		第二加圧工程 圧力(g/cm²) 時間(分)		歯冠の縞構造	備考
比較例1	900	—	—	12000	30	有り	
比較例2	900	500	10	—	—	—	スプルーパートのみ注入

【0036】比較例2

表2の比較例2の欄に示される条件、即ち、実施例1の第1加圧注入工程のみに相当する条件で成形を行った。成形後、ガラス体の注入状態を観察したところ、ガラス体はスプルーパートのみに注入されていた。

【0037】

【発明の効果】本発明の方法により、鋳型の破損や気泡の巻き込みを起こないといった従来の加熱加圧成形法の特長を損なうことなく、内部に脈理に似た前記縞構造を含まないガラスセラミックス歯冠を製造することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

* た。また、得られたガラスセラミックス歯冠は所期の歯形形態を有しており、加圧注入工程中に鋳型の破損が起つていなかったことが確認された。

【0032】実施例2～4

表1に記載された各条件で加熱加圧成形を行った他は実施例1と同様にしてガラスセラミックス歯冠を製造した。得られた各歯冠について実施例1と同様にして目視観察を行ったところ、いずれも歯冠の破断面に縞構造はみられず、また、鋳型破損も起つていなかった。

10 【0033】

【表1】

※入工程を経ることなく、いきなり実施例1に於ける第二20 加圧注入工程に相当するような高い注入圧で成形した例である。

【0035】

【表2】

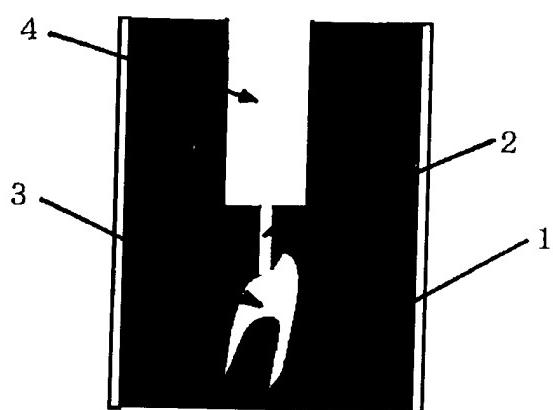
★ 【図1】 本図は、本発明で使用する代表的な鋳型の断面図である。

【図2】 本図は、加熱加圧成形方法にて一般的に採用されている、加熱により軟化したガラス体を加圧して鋳型に注入する方法を説明するための概略図である。

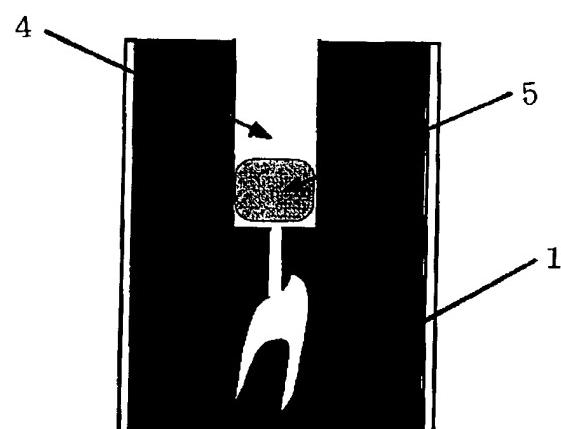
【符号の説明】

- 1 . . . 鋳型
- 2 . . . スプルーパート
- 3 . . . 歯形部
- 4 . . . 保持容器部
- 5 . . . ガラス体

【図1】



【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成10年3月24日

【手続補正1】

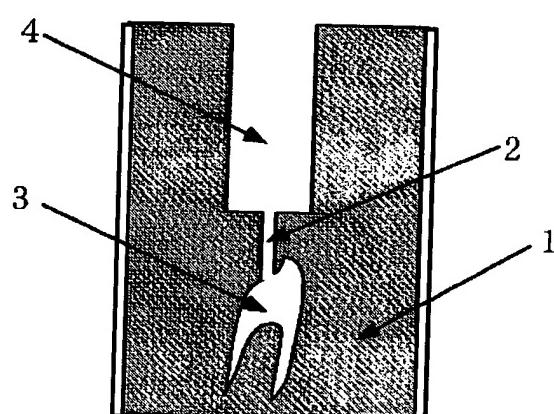
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】全図

【補正方法】変更

【補正内容】

【図1】



【図2】

